

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
23. Juni 2005 (23.06.2005)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2005/056694 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: **C09B 67/22**, C09D 11/00, G03G 9/08, G03F 7/00
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2004/013945
- (22) Internationales Anmeldedatum:
8. Dezember 2004 (08.12.2004)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität:
103 58 211.8 12. Dezember 2003 (12.12.2003) DE
- (71) Anmelder (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US*): CLARIANT GMBH [DE/DE]; Brüningstrasse 50, 65929 Frankfurt am Main (DE).
- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (*nur für US*): GRIMM, Felix, W. [DE/DE]; Schillerstrasse 6, 65719 Hofheim (DE). SCHÜLLER, Jörg [DE/DE]; Von-Heinsberg-Strasse 16, 50321 Brühl (DE). WEBER, Joachim [DE/DE]; Johannesallee 13, 65929 Frankfurt am Main (DE). ROHR, Ulrike [DE/DE]; Brunhildestrasse 31, 68199 Mannheim (DE).
- (74) Anwälte: HÜTTER, Klaus usw.; Clariant Service GmbH, Patente, Marken, Lizizenzen, Am Unisys-Park 1, 65843 Sulzbach (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (*soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart*): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) Bestimmungsstaaten (*soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart*): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

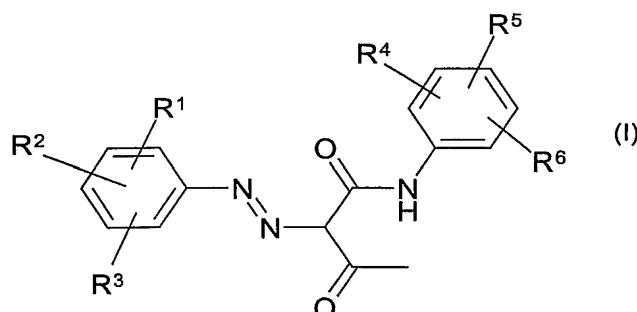
Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: USE OF A PIGMENT PREPARATION BASED ON CI PIGMENT YELLOW 74

(54) Bezeichnung: VERWENDUNG EINER PIGMENTZUBEREITUNG AUF BASIS VON C.I. PIGMENT YELLOW 74



or 3, a phosphonium ion, or an unsubstituted or substituted ammonium ion, for pigmenting electrophotographic toners and developers, inks, aqueous binder systems, and color filters.

(57) Abstract: The invention relates to the use of a pigment preparation containing CI pigment yellow 74 as a basic pigment and one or several pigment dispersing agents of formula (I), wherein R¹, R², R³, R⁴, R⁵, and R⁶ independently represent hydrogen, halogen, C₁-C₄ alkyl, C₁-C₄ alkoxy, nitro, trifluoromethyl, cyano, phenyl, an SO₃^{E+} group, or a COO^{E+} group provided that at least one and no more than two ionic groups of type SO₃^{E+} or COO^{E+} are supplied, one group being located in the coupling radical and the other group being located in the base radical of the compound of formula (I) in case two ionic groups are supplied, E⁺ represents H⁺, the equivalent M^{m+/m} of a metal cation M^{m+}, m representing one of the numbers 1, 2, or 3, a phosphonium ion, or an unsubstituted or substituted ammonium ion, for pigmenting electrophotographic toners and developers, inks, aqueous binder systems, and color filters.

(57) Zusammenfassung: Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung einer Pigmentzubereitung, enthaltend C.I. Pigment Yellow 74 als Basispigment und einen oder mehrere Pigmentdispersatoren der Formel (I) worin R¹, R², R³, R⁴, R⁵ und R⁶ unabhängig voneinander Wasserstoff, Halogen, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy, Nitro, Trifluormethyl, Cyano, Phenyl, eine SO₃^{E+}-oder eine COO^{E+}-Gruppe bedeuten, mit der Massgabe, dass mindestens eine und höchstens zwei ionische Gruppen des Typs SO₃^{E+} - oder COO^{E+} vorhanden sind, und dass im Falle von zwei ionischen Gruppen die eine Gruppe im Kupplerrest und die andere im Basenrest der Verbindung der Formel (I) sitzt; E⁺ H⁺; das Äquivalent M^{m+/m} eines Metallkations M^{m+}, wobei m eine der Zahlen 1, 2 oder 3 ist; ein Phosphoniumion; oder ein unsubstituiertes oder substituiertes Ammoniumion bedeutet; zum Pigmentieren von elektrophotographischen Tonern und Entwicklern, Tinten, wässrigen Bindemittelsystemen und Farbfiltern.

WO 2005/056694 A1



— vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

Beschreibung

Verwendung einer Pigmentzubereitung auf Basis von C.I. Pigment Yellow 74

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft neue Verwendungen von
Monoazopigmentzubereitungen auf Basis von C.I. Pigment Yellow 74.

Die US-3 759 733 offenbart Pigmentzubereitungen aus dem Kupplungsprodukt eines diazotierten Anilins mit einem Acetoacetylarylamid und aus einem

- 10 wasserlöslichen Farbstoff. Es wird der Einsatz dieser Pigmentzubereitungen in lösemittelhaltigen Illustrationstiefdruckfarben (decorative paints) beschrieben, jedoch nicht in anderen Systemen wie beispielsweise wässrigen Druckfarben.

Die JP-45-11026 offenbart ebenfalls Pigmentzubereitungen aus dem

- 15 Kupplungsprodukt eines diazotierten Anilins mit einem Acetoacetylarylamid und aus einem wasserlöslichen Farbstoff. Der Einsatz der Pigmentzubereitungen ist auf nicht-wässrige Systeme beschränkt.

Bei der Verwendung von Pigmentzubereitungen zum Färben von

- 20 hochmolekularen organischen Materialien werden hohe Anforderungen an die anwendungstechnischen Eigenschaften der Pigmente gestellt, wie hohe Farbstärken, hohe Buntheit (Chroma) und gute Licht- und Wetterechtheit. Beim Einsatz in Drucksystemen sind hohe Transparenz der Drucke und niedrige Viskosität der hochpigmentierten Druckfarbenkonzentrate beim Dispergieren
25 gefordert. Ähnliche Anforderungen werden bei Einsatz in elektrophotographischen Tonern, Ink-Jet Tinten, Farbfiltern oder elektronischen Tinten gestellt. Hier kommen noch spezielle Anforderungen hinzu, wie beispielsweise passende triboelektrische Eigenschaften.

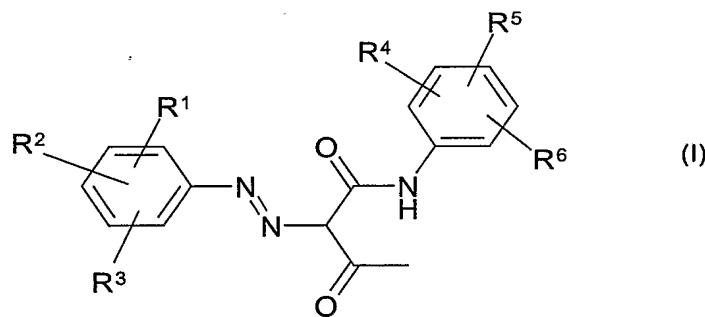
- 30 Die bekannten Monoazopigmentzubereitungen auf Basis C.I. Pigment Yellow 74 genügen nicht allen heutigen Anforderungen. Daher bestand ein Verbesserungsbedarf und die Aufgabe, Pigmentzubereitungen zu finden, die bei

der Verwendung in den oben genannten Anwendungen zu den bislang bekannten Zubereitungen überlegene Eigenschaften aufweisen.

- Es wurde gefunden, dass die Aufgabe überraschenderweise durch die
 5 Verwendung nachstehend definierter Pigmentzubereitung gelöst wird.

Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung von Pigmentzubereitungen, enthaltend C.I. Pigment Yellow 74 als Basispigment und einen oder mehrere Pigmentdispergatoren der Formel (I)

10



worin

- R¹, R², R³, R⁴, R⁵ und R⁶ unabhängig voneinander Wasserstoff, Halogen, wie
 15 beispielsweise Chlor oder Brom, C₁-C₄-Alkyl, wie beispielsweise Methyl, Ethyl oder tert.-Butyl, C₁-C₄-Alkoxy, wie beispielsweise Methoxy oder Ethoxy, Nitro, Trifluormethyl, Cyano, Phenyl, eine SO₃⁻E⁺- oder eine COO⁻E⁺-Gruppe bedeuten, mit der Maßgabe, dass mindestens eine und höchstens zwei ionische Gruppen des Typs SO₃⁻E⁺- oder COO⁻E⁺ vorhanden sind, und dass im Falle von zwei
 20 ionischen Gruppen die eine Gruppe im Kupplerrest und die andere im Basenrest der Verbindung der Formel (I) sitzt;
- E⁺ H⁺;
- das Äquivalent M^{m+}/m eines Metallkations M^{m+}, vorzugsweise aus der 1. bis 5. Hauptgruppe oder aus der 1. oder 2. oder der 4. bis 8. Nebengruppe des
 25 Periodensystems der chemischen Elemente bezeichnet, wobei m eine der Zahlen 1, 2 oder 3 ist, wie beispielsweise Li¹⁺, Na¹⁺, K¹⁺, Mg²⁺, Ca²⁺, Sr²⁺, Ba²⁺, Mn²⁺, Cu²⁺, Ni²⁺, Co²⁺, Zn²⁺, Fe²⁺, Al³⁺, Cr³⁺ oder Fe³⁺;
- ein Phosphoniumion; oder ein unsubstituiertes oder substituiertes Ammoniumion

bedeutet;

zum Pigmentieren von elektrophotographischen Tonern und Entwicklern, Tinten, wässrigen Bindemittelsystemen und Farbfiltern.

- 5 Bevorzugt bedeuten R¹, R², R³, R⁴, R⁵ und R⁶ Wasserstoff, Chlor, Methyl, Trifluormethyl oder Methoxy, und bevorzugt trägt der Pigmentdispergator eine ionische Gruppe SO₃⁻E⁺.

Als substituiertes Ammoniumion kommt beispielsweise ein Ion der Formel



in betracht, wobei

R⁹, R¹⁰, R¹¹ und R¹² gleich oder verschieden sind und die Bedeutung Wasserstoff, Hydroxy, Amino, Phenyl, (C₁-C₄)-Alkylen-phenyl, C₅-C₃₀-Cycloalkyl, C₂-C₃₀-Alkenyl, oder verzweigtes oder unverzweigtes C₁-C₃₀-Alkyl haben, wobei der

- 15 Phenylring, die (C₁-C₄)-Alkylen-phenyl-Gruppe, die C₅-C₃₀-Cycloalkylgruppe, die C₂-C₃₀-Alkenylgruppe und die C₁-C₃₀-Alkylgruppe durch ein oder mehrere, z.B. 1, 2, 3 oder 4, Substituenten aus der Gruppe Cl, Br, CN, NH₂, OH, C₆H₅, mit 1, 2 oder 3 C₁-C₂₀-Alkoxyresten substituiertes C₆H₅, Carbamoyl, Carboxy, C₂-C₄-Acyl, C₁-C₈-Alkyl, NR⁷R⁸, wobei R⁷ und R⁸ die nachstehend genannte Bedeutung
20 haben, und C₁-C₄-Alkoxy, z.B. Methoxy oder Ethoxy, substituiert sein können, oder die Alkylgruppe und die Alkenylgruppe perfluoriert oder teilfluoriert sein können;

der die Bedeutung eines Restes der Formel (Ib) haben,



- 25 worin

h eine Zahl von 0 bis 100, vorzugsweise 0 bis 20, besonders bevorzugt 0, 1, 2, 3, 4 oder 5;

- X einen C₂-C₆-Alkylenrest, einen C₅-C₇-Cycloalkylenrest, oder eine Kombination dieser Reste ist, wobei diese Reste durch 1 bis 4 C₁-C₄-Alkylreste,
30 Hydroxyreste, C₁-C₄-Alkoxyreste, (C₁-C₄)-Hydroxyalkylreste und/oder durch 1 bis 2 weitere C₅-C₇-Cycloalkylreste substituiert sein können, oder worin X, wenn h > 1 ist, auch eine Kombination der genannten Bedeutungen sein kann;

Y eine -O-,  oder eine -NR⁷-Gruppe,
oder worin Y, wenn h > 1 ist, auch eine Kombination der genannten Bedeutungen
sein kann;

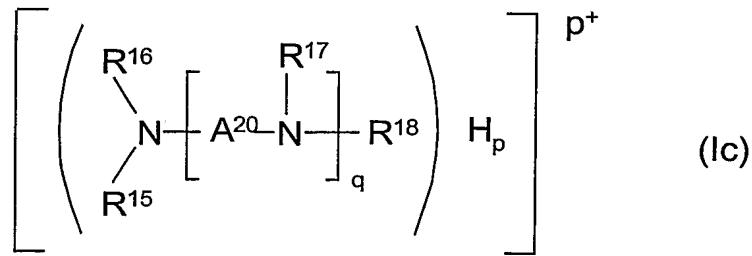
- R⁷ und R⁸ unabhängig voneinander ein Wasserstoffatom, eine substituierte
5 oder unsubstituierte, oder teil- oder perfluorierte, verzweigte oder unverzweigte
C₁-C₂₀-Alkylgruppe, eine substituierte oder unsubstituierte C₅-C₈-Cycloalkylgruppe
oder eine substituierte oder unsubstituierte, oder teil- oder perfluorierte C₂-C₂₀-
Alkenylgruppe darstellen, wobei die Substituenten Hydroxy, Phenyl, Cyano, Chlor,
Brom, Amino, C₂-C₄-Acyl oder C₁-C₄-Alkoxy sein und vorzugsweise 1 bis 4 an der
10 Zahl sein können, oder
R⁷ und R⁸ zusammen mit dem N-Atom der NR⁷-Gruppe einen gesättigten,
ungesättigten oder aromatischen heterocyclischen 5- bis 7-gliedrigen Ring bilden,
der gegebenenfalls 1 oder 2 weitere Stickstoff-, Sauerstoff- oder Schwefelatome
oder Carbonylgruppen im Ring enthält, gegebenenfalls durch 1, 2 oder 3 Reste
15 aus der Gruppe OH, NH₂, Phenyl, CN, Cl, Br, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy, C₂-C₄-
Acyl und Carbamoyl substituiert ist, und der gegebenenfalls 1 oder 2
benzoannellierte gesättigte, ungesättigte oder aromatische, carbocyclische oder
heterocyclische Ringe trägt;
- 20 oder wobei R⁹ und R¹⁰ zusammen mit dem N-Atom des Ammoniumions ein fünf-
bis siebengliedriges gesättigtes oder ungesättigtes Ringsystem, das ggf. noch
weitere Heteroatome aus der Gruppe O, S und N oder Carbonylgruppen enthält,
bilden können, und das gegebenenfalls 1 oder 2 ankondensierte gesättigte,
ungesättigte oder aromatische, carbocyclische oder heterocyclische Ringe trägt;
25 wobei das Ringsystem und die ggf. ankondensierten Ringe durch 1, 2 oder 3
Reste aus der Gruppe OH, NH₂, Phenyl, CN, Cl, Br, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy,
C₂-C₄-Acyl und Carbamoyl substituiert sein können,
beispielsweise vom Pyrrolidon-, Imidazolidin-, Hexamethylenimin-, Piperidin-,
Piperazin- oder Morpholin-Typ;
- 30 oder wobei R⁹, R¹⁰ und R¹¹ zusammen mit dem N-Atom des Ammoniumions ein
fünf- bis siebengliedriges aromatisches Ringsystem, das ggf. noch weitere

Heteroatome aus der Gruppe O, S und N oder Carbonylgruppen enthält, bilden, und das gegebenenfalls 1 oder 2 ankondensierte gesättigte, ungesättigte oder aromatische, carbocyclische oder heterocyclische Ringe trägt, wobei das

5 Ringsystem und die ggf. ankondensierten Ringe durch 1, 2 oder 3 Reste aus der Gruppe OH, NH₂, Phenyl, CN, Cl, Br, C₁-C₄-Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy, C₂-C₄-Acyl und Carbamoyl substituiert sein können,

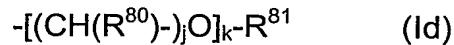
beispielsweise vom Pyrrol-, Imidazol-, Pyridin-, Picolin-, Pyrazin-, Chinolin- oder Isochinolin-Typ.

10 Als substituiertes Ammonium kommt ferner das 1/p Äquivalent eines Ammoniums der Formel (Ic) in Betracht



15 worin

R¹⁵, R¹⁶, R¹⁷ und R¹⁸ unabhängig voneinander Wasserstoff oder eine (Poly)alkylenoxygruppe der Formel (Id) bedeuten;



20

in der j die Zahl 2 oder 3 ist, k eine Zahl von 1 bis 100 ist, der Rest R⁸⁰ Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl oder, sofern k > 1 ist, eine Kombination davon bedeutet und der Rest R⁸¹ Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl oder die Gruppe -(CH(R⁸²)-)_iNH₂ bedeutet, i die Zahl 2 oder 3 bedeutet und der Rest R⁸²

25 Wasserstoff, C₁-C₄-Alkyl oder eine Kombination davon bedeutet;

q eine Zahl von 1 bis 10, vorzugsweise 1, 2, 3, 4 oder 5 ist;

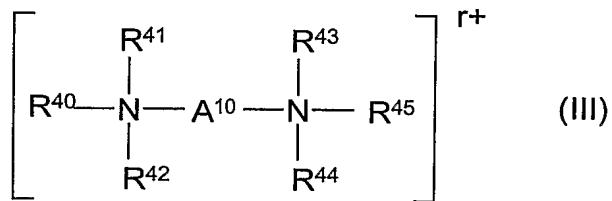
p eine Zahl von 1 bis 5, wobei p ≤ q+1 ist;

A^{20} einen verzweigten oder unverzweigten C₂-C₆-Alkylenrest bedeutet; oder worin A^{20} , wenn q > 1 ist, auch eine Kombination von verzweigten oder unverzweigten C₂-C₆-Alkylenresten sein kann.

- 5 Als substituiertes Ammoniumion kommt ferner ein sich von einer Polyaminoamido- oder Polyaminoverbindung ableitendes Ammoniumion in Betracht, das einen solchen Anteil an reaktionsfähigen Polyaminogruppen hat, dass der Aminindex zwischen 100 und 800 mg KOH pro g der Polyaminoamido- oder Polyaminoverbindung beträgt, wie es beispielsweise in der DE-A-27 39 775
 10 offenbart wird.

Als substituiertes Ammoniumion kommt ferner ein Kation eines polymeren Ammoniumsalzes mit einem mittleren Molekulargewicht von 500 bis 2.500.000, das in Wasser oder in C₁-C₄-Alkohol löslich ist, wie es beispielsweise in der
 15 DE-A-4 214 868 offenbart wird, in Betracht.

Als substituiertes Ammoniumion kommt ferner das 1/r Äquivalent eines von einem Diamin abgeleiteten Ammoniumions der Formel (III) in Betracht



20

wie es beispielsweise in der WO 01/14479 offenbart wird,
 und worin

- R^{40} C₆-C₃₀-Alkyl, bevorzugt lineares C₈-C₂₀-Alkyl, oder C₆-C₃₀-Alkenyl,
 25 bevorzugt linear, bedeutet,
 R^{41} eine freie Valenz, Wasserstoff, C₁-C₃₀-Alkyl, C₂-C₃₀-Alkenyl, C₃-C₃₀-Cycloalkyl, C₆-C₁₄-Aryl oder C₇-C₃₈-Aralkyl bedeutet,
 R^{42} , R^{43} und R^{45} gleich oder verschieden sind und C₁-C₆-Alkyl, bevorzugt Methyl,

C₃-C₃₀-Cycloalkyl, C₆-C₁₄-Aryl oder C₇-C₃₈-Aralkyl bedeutet,

R⁴⁴ eine freie Valenz, Wasserstoff, C₁-C₆-Alkyl, bevorzugt Methyl, C₃-C₃₀-Cycloalkyl, C₆-C₁₄-Aryl oder C₇-C₃₈-Aralkyl bedeutet,

mit der Maßgabe, dass R⁴¹ und R⁴⁴ nicht gleichzeitig eine freie Valenz bedeuten,

5 r die Zahl 2, oder für den Fall, dass R⁴¹ oder R⁴⁴ eine freie Valenz bedeutet, die Zahl 1 bedeutet,

A¹⁰ C₁-C₁₂-Alkylen oder C₂-C₁₄-Alkenylen bedeutet, bevorzugt 2, 3 oder 4 C-Atome enthält, insbesondere 3;

oder

10 R⁴¹ und R⁴³ zusammen mit den zwei Stickstoffatomen, an die sie geknüpft sind, und mit A¹⁰ einen Ring bilden, bevorzugt Piperazinyl;

und/oder

R⁴⁴ und R⁴⁵ zusammen mit dem Stickstoffatom, an das sie geknüpft sind, einen Ring bilden, bevorzugt Piperidinyl, Morpholinyl, Piperazinyl oder N-(C₁-C₆-Alkyl)-

15 piperazinyl.

Die in der Definition vor R⁴⁰ bis R⁴⁵ genannten Reste sind bevorzugt unsubstituiert oder sind mit Substituenten aus der Gruppe OH, C₁-C₆-Alkyl, bevorzugt Methyl, C₁-C₆-Alkoxy, CN und Halogen, besonders Chlor oder Brom, substituiert.

20 Aryl bedeutet bevorzugt Phenyl, Aralkyl bevorzugt Benzyl oder 2-Phenylethyl und Cycloalkyl bevorzugt Cyclopentyl oder Cyclohexyl.

Bevorzugt sind solche Ionen der Formel (III), in der R⁴¹ und R⁴⁴ Wasserstoff und R⁴², R⁴³ und R⁴⁵ Methyl bedeuten, besonders bevorzugt solche Ionen der Formel 25 (III), in der R⁴¹ bis R⁴⁵ Methyl bedeuten. Weiterhin bevorzugt sind solche Ionen der Formel (III), die sich von Aminen natürlicher Öle und Fette, wie Kokosöl, Maisöl, Getreideöl, Fisch- oder Walfischtran, besonders aus Talgfett, ableiten.

Von besonderen Interesse sind weiterhin Pigmentdispergatoren der Formel (I), bei 30 denen E⁺ die Bedeutung H⁺ hat;
oder wobei im Falle des Äquivalents M^{m+}/m das Metallkation M^{m+} die Bedeutung Na⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Sr²⁺, Ba²⁺, Mn²⁺ oder Al³⁺ hat;

- oder wobei E^+ ein protoniertes tertiäres Amin ist, das aus Ölen und Fetten wie Talg, Kokosöl, Maisöl, Getreideöl, Fisch- oder Walfischtran gewonnen wurde, und beispielsweise Triisoctylamin, Dimethyltaulgafftamin, Dimethylsojaamin, Dimethyloctadecylamin oder hydriertes Monomethyl-di(talgfettamin) oder ein
- 5 alkoxyliertes Derivat eines Fettamins ist, beispielsweise Talgalkyldi(2-hydroxyethyl)-amin, Polyoxyethylen(5)talgamin, Polyoxyethylen(8)oleylamin, N,N',N'-Tris(2-hydroxyethyl)-N-talg-1,3-diaminopropan, N,N',N'-Polyoxyethylen(12)-N-talg-1,3-diaminopropan;
- oder wobei E^+ ein quaternäres Ammoniumion ist, das sich vorzugsweise von den
- 10 aus obigen Ölen und Fetten gewonnen Aminen oder alkoxylierten Fettaminen ableitet, beispielsweise durch Methylierung oder durch Umsetzung mit Benzylchlorid, und beispielsweise Stearylbenzyl- oder Cocosalkyl-dimethylbenzylammonium oder -2,4-dichlorbenzylammonium, Hexadecyl-, Stearyl-, Dodecyl- oder
- 15 Cetyltrimethylammonium, Di-hydriertes Talgfettalkyl-, Dicocosalkyl- oder Distearyldimethylammonium, Oleyl- oder Kokos-di(2-hydroxyethyl)-methylammonium, hydriertes Polyoxyethylen(15)talg-methylammonium, N,N,N',N'-Pentamethyl-N-talg-1,3-propandiammonium, permethyliertes N-Stearyldiethylentriamin, permethyliertes N-Stearyltriethylentetramin, N-(3-
- 20 Dodecyloxy-2-hydroxypropyl)-octadecyldimethyl-ammonium, Methyl-tri(2-octyl)ammonium, N,N-Di-(beta-stearoylethyl)-N,N-dimethylammonium, Laurylpuridinium, 2-Hydroxy-[5-chlor-, 5-isooctyl-, 5-t-butyl- oder n-nonyl]-1,3-xylylen-bispyridinium, 2-Methoxy-5-isooctyl-1,3-xylylen-bispyridinium, 2-Hydroxy-5-isooctyl-1,3-xylylen-bischinolinium, 2-Hydroxy-5-isooctyl-1,3-xylylen-
- 25 bisochinolinium oder Behenyltrimethylammonium ist;
- oder wobei E^+ ein Phosphoniumion wie Hexadecyltributylphosphonium, Ethyltrioctylphosphonium oder Tetrabutylphosphonium ist;
- wobei die ursprünglichen Anionen der eingesetzten quaternären Ammoniumverbindungen oder Phosphoniumverbindungen beispielsweise
- 30 Halogenid, Sulfat, Alkoxsulfat, Alkoxyphosphat gewesen sein können.

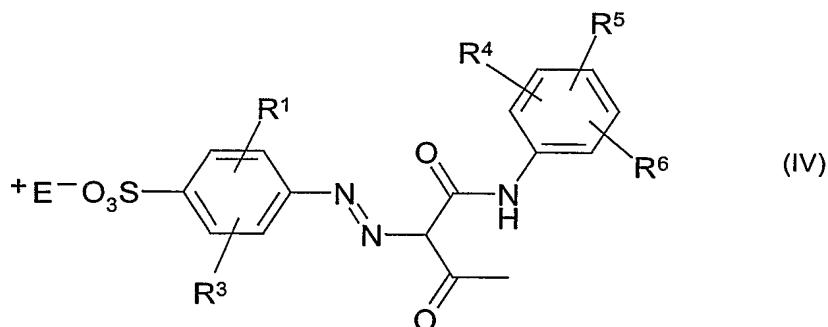
Von besonderem Interesse sind weiterhin Pigmentdispergatoren der Formel (I), bei denen das dem Ammoniumion $N^+R^9R^{10}R^{11}R^{12}$ zugrunde liegende Amin ein

primäres oder sekundäres Amin, insbesondere Mischungen primärer und sekundärer Amine mit gegebenenfalls gemischten Kohlenwasserstoffresten natürlich vorkommender Öle und Fette wie Talg, Kokosöl, Maisöl, Getreideöl, Fisch- oder Walfischtran oder Holzharz, ist; konkret zu nennen sind beispielsweise

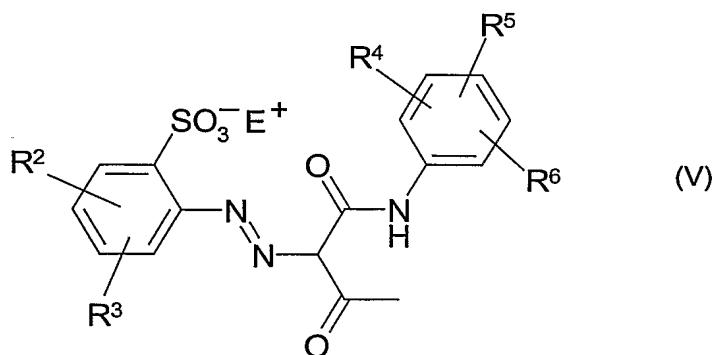
- 5 Ammoniak, Methylamin, Triethylamin, Butylamine, Dibutylamine, Tributylamin, Hexylamine, Dodecylamin, Stearylamin, Diethylamin, Di-n-butylamin, Ethyldiamin, Anilin, N-Methylanilin, Benzylamin, Phenylethylamin, Cyclohexylaminoethylamin, 2-Cyclohexyl-aminopropylamin, 3-Stearylaminopropylamin, 2-Dimethylaminoethylamin, 2-Diethylaminoethylamin,
- 10 2-Dipropylaminoethylamin, 2-Dibutylaminoethylamin, 3-Dimethylaminopropylamin, 3-Diethylaminopropylamin, 3-Cyclohexylamino-propylamin, N-Methylpiperazin, N-Aminopropylmorpholin, N-Aminoethylpiperidin, N-Aminoethylpyrrolidin, N-Aminopropylpeptolin, 4-Diethylamino-1-methylbutylamin-(1), Lauryl-, Kokos- oder Talgfettamin, Lauryl-, Oleyl- oder Talgfettpropylendiamin,
- 15 Talgfettdipropylentriamin, Talgfetttripropylentetraamin, 1,1,3,3-Tetramethylbutylamin primäre Amine mit tertiären C₁₆-C₂₂-Alkylgruppen, N,N-Bis-aminopropyl-talgfettamin, 2-Ethylhexoxypropylamin oder Dehydroabietylamin.

Bevorzugt werden ein oder mehrere Pigmentdispergatoren der Formel (IV)

20



und der Formel (V)



eingesetzt, wobei R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 , R^6 und E^+ die oben genannten Bedeutungen haben.

5

Insbesondere werden als Pigmentdispergatoren der Formel (I) solche aus der Gruppe C.I. Pigment Yellow 61, 61:1, 62, 62:1, 168, 169 und 191:1 eingesetzt.

Die Pigmentdispergatoren der Formel (I) können in den entsprechenden

10 tautomeren Formen vorliegen, die Formeln (I), (IV) und (V) umfassen daher auch die tautomeren Formen.

Bevorzugte Pigmentzubereitungen im Sinne der vorliegenden Erfindung enthalten

a) 50 bis 99,9 Gew.-%, vorzugsweise 60 bis 99,5 Gew.-%, besonders

15 bevorzugt 65 bis 99 Gew.-%, Pigment Yellow 74

b) 0,1 bis 25 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 15 Gew.-%, besonders bevorzugt 1 bis 10 Gew.-%, 1, 2, 3, 4, 5 oder 6, vorzugsweise 1, 2, 3 oder 4, insbesondere 1 oder 2 Pigmentdispergatoren der Formel (I),

c) 0 bis 25 Gew.-%, vorzugsweise 0 bis 15 Gew.-% an Hilfsmitteln,

20 wobei die Anteile der jeweiligen Komponenten auf das Gesamtgewicht der Zubereitung (100 Gew.-%) bezogen sind.

Als Hilfsmittel kommen beispielsweise Tenside, nichtpigmentäre und pigmentäre Dispergiermittel, Füllstoffe, Stellmittel, Harze, Wachse, Entschäumer,

25 Antistaubmittel, Extender, Antistatika, Farbmittel zum Nuancieren, Konservierungsmittel, Trocknungsverzögerungsmittel, Additive zur Steuerung der Rheologie, Netzmittel, Antioxidantien, UV-Absorber, Lichtstabilisatoren, oder eine

Kombination davon in Betracht. Nuancierkomponenten werden üblicher Weise in Mengen bis zu 10 Gew.-% und Hilfsmittel in Mengen bis zu 40 Gew.-%, jeweils bezogen auf die Gesamtmenge des erfindungsgemäß eingesetzten C.I. Pigment Yellow 74 eingesetzt. Es können jedoch in Ausnahmefällen auch höhere Mengen vorkommen.

Die erfindungsgemäße Pigmentzubereitung kann nach verschiedenen Verfahren hergestellt werden, beispielsweise indem man das Basispigment und den Pigmentdispergator nach getrennter Synthese miteinander in Kontakt bringt, oder 10 indem der Pigmentdispergator und das Basispigment gemeinsam synthetisiert werden.

Die Pigmentdispergatoren der Formel (I) und C.I. Pigment Yellow 74 sind bekannte Verbindungen, die sich nach dem Fachmann bekannten Verfahren 15 durch Azokupplung herstellen lassen, wobei ein entsprechendes Amin diazotiert wird und mit dem entsprechenden Acetoacetanilid als Kuppler gekuppelt wird. Im Falle des Pigmentdispergators der Formel (I) wird gewöhnlicherweise die freie Säure bzw. ein leichter lösliches Salz des Pigmentdispergators durch 20 Azokupplung hergestellt und ggf. anschließend zu einem schwerer löslichen Salz verlackt. Da die Verlackung nicht vollständig verlaufen muss, können mehrere verschiedene Pigmentdispergatoren der Formel (I) in der Pigmentzubereitung enthalten sein.

Die Zugabe des Pigmentdispergators zum Basispigment kann an einer beliebigen 25 Stelle im Herstellungsverfahren das Basispigments und in verschiedenen Formen erfolgen, beispielsweise kann der Pigmentdispergator als Suspension oder als wässrig-feuchter Presskuchen zur Suspension des Basispigments zugegeben, die wässrig-feuchten Presskuchen des Basispigments und des Pigmentdispergators können in entsprechenden Apparaten vermischt werden, oder sie werden trocken 30 miteinander vermischt, beispielsweise in Form von Granulaten oder Pulvern. Eine Zugabe des Pigmentdispergators vor der Isolation des Basispigments kann beispielsweise auch vor oder nach einer thermischen Behandlung der Suspension des Basispigments geschehen.

Im Falle der gemeinsamen Synthese können die Azokupplungen prinzipiell diskontinuierlich direkt oder indirekt geschehen, d.h. durch Zugabe des Diazoniumsalzes zum Kuppler oder umgekehrt, es kann auch eine kontinuierliche Verfahrensweise gewählt werden durch Einsatz einer Mischdüse, eines

- 5 Mikroreaktors oder eines Mikrojetreaktors und gleichzeitigem, kontinuierlichem Einspeisen des Diazoniumsalzes und der Kupplungskomponente.

Sowohl das Diazoniumsalz als auch die Kupplungskomponente können gelöst oder als Suspension eingesetzt werden, im Falle der indirekten Kupplung ist auch der Einsatz der Kupplungskomponente in fester Form möglich.

- 10 Die Aminkomponenten des Basispigments und des Pigmentdispergators können gemeinsam oder getrennt diazotiert werden. Die Diazoniumsalze können bei direkter Kupplung getrennt oder als Mischung gemeinsam zugegeben oder bei indirekter Kupplung gemeinsam vorgelegt werden. Die Kupplungskomponenten des Basispigments und des Pigmentdispergators können bei direkter Kupplung

- 15 gemeinsam vorliegen oder bei indirekter Kupplung gemeinsam oder getrennt zugegeben werden.

Es kann auch zuerst die eine Komponente (Basispigment oder Pigmentdispergator) hergestellt werden und die Azokupplung der zweiten Komponente in Gegenwart der Suspension der ersten Komponente durchgeführt

- 20 werden.

Bevorzugt wird das Basispigment durch direkte Kupplung hergestellt, indem das als Lösung oder Suspension vorliegenden Diazoniumsalz zur frisch gefällte Suspension der Kupplungskomponente zugegeben wird, und der

Pigmentdispergator wird als feuchter Presskuchen oder als trockenes Pulver zur fertigen Kuppelsuspension des Basispigments zugegeben.

Auch sind Pigmentzubereitungen mit mehreren, beispielsweise bis zu 6, bevorzugt bis zu 4 Pigmentdispergatoren möglich.

Eine Überführung des Pigmentdispergators von einer leichter löslichen Form,

- 30 beispielsweise des Natriumsalzes, in eine schwerer lösliche Form, beispielsweise des Calciumsalzes oder eines Aminsalzes, geschieht gewöhnlich durch Zugabe der entsprechenden stickstoffhaltigen Verbindungen oder anorganischen Salze

nach Herstellung der leichter löslichen Form des Pigmentdispergators durch Azokupplung.

Es kann vorteilhaft sein, die Kupplung in Gegenwart gebräuchlicher, die Kupplung

- 5 fördernder Mittel durchzuführen, wie beispielsweise langkettige Aminoxide und Phosphinoxide.

Auch Kupplungen in wässrig-organischen oder rein organischen Medium können zur Herstellung der Kupplungsprodukte zum Einsatz kommen.

Die bei der Azokupplung wesentlichen Verfahrensparameter wie beispielsweise

- 10 Zeit, Temperatur, pH-Wert, Einsatz von Puffern, Lösemitteln oder Tensiden sind aus der Literatur dem Fachmann bekannt.

Zur Erzielung der gewünschten anwendungstechnischen, besonders der coloristischen Eigenschaften kann eine Wärmebehandlung der Kuppelsuspension

- 15 des Basispigments vor der endgültigen Isolation erforderlich sein, die in Gegenwart oder Abwesenheit des Pigmentdispergators durchgeführt werden kann. Dazu kann auch der isolierte und feuchte Presskuchen des Präpigments wieder in einem flüssigen Medium dispergiert werden. Als flüssige Medien kommen neben der Kuppelbrühe und Wasser auch organische Lösungsmittel oder
- 20 eine Mischung aus Wasser und organischem Lösungsmittel in Betracht, wobei das Wasser und das organische Lösungsmittel weder bei Raumtemperatur noch bei einer anderen Temperatur vollständig miteinander mischbar sein müssen, um eine für die Anwendung spezifische Kristallmodifikation und/oder Kristallform und/oder Korngrößenverteilung zu erzeugen. Bei der Wärmebehandlung können

- 25 Temperaturen von beispielsweise 50 bis 200°C auftreten. Als organisches Lösemittel kommen in Frage: Alkohole mit 1 bis 10 C-Atomen, Glykole, Polyglykole, Ether, Glykolether, Polyethylenglykolmonomethylether, Polyethylenglykoldimethylether, Ketone, aliphatische Säureamide, Harnstoffderivate, cyclische Carbonsäureamide, Nitrile, aliphatische oder
- 30 aromatische Amine, gegebenenfalls halogenierte aliphatische Kohlenwasserstoffe, gegebenenfalls durch Alkyl, Alkoxy, Nitro, Cyano oder Halogen substituierte aromatische Kohlenwasserstoffe, aromatische Heterocyclen, Sulfone und Sulfoxide, sowie Mischungen dieser organischen Lösemittel. Bevorzugte

Lösemittel sind C₁-C₆-Alkohole, insbesondere Methanol, Ethanol, n- und Isopropanol, Isobutanol, n- und tert.-Butanol und tert.-Amylalkohol; C₃-C₆-Ketone, insbesondere Aceton, Methylethyleketon oder Diethylketon; Tetrahydrofuran, Dioxan, Ethylenglykol, Diethylenglykol oder Ethylenglykol-C₃-C₅-alkylether,
5 insbesondere 2-Methoxyethanol, 2-Ethoxyethanol, Butylglykol, Toluol, Xylool, Ethylbenzol, Chlorbenzol, o-Dichlorbenzol, N,N-Dimethylacetamid, N-Methylpyrrolidon, Dimethylsulfoxid oder Sulfolan.

Die Zugabe von Hilfsmitteln kann zu einem beliebigen Zeitpunkt erfolgen, auf
10 einmal oder in mehreren Portionen. Sie können beispielsweise bereits vor der Kupplung, vor dem Finish oder erst nach dem Finish oder auch durch Mischen in trockenem Zustand zugegeben werden.

Als Tenside kommen anionische oder anionaktive, kationische oder kationaktive
15 und nichtionische oder amphotere Substanzen oder Mischungen dieser Mittel in Betracht.

Als anionaktive Substanzen kommen beispielsweise Fettsäuretauride, Fettsäure-N-methyltauride, Fettsäureisethionate, Alkylphenylsulfonate, beispielsweise
20 Dodecylbenzolsulfonsäure, Alkylnaphthalinsulfonate, Alkylphenolpolyglykolethersulfate, Fettalkoholpolyglykolethersulfate, Fettsäureamid-polyglykolethersulfate, Alkylsulfosuccinamate, Alkenylbernsteinsäurehalbester, Fettalkoholpolyglykolethersulfosuccinate, Alkansulfonate, Fettsäureglutamate, Alkylsulfosuccinate, Fettsäuresarkoside;
25 Fettsäuren, beispielsweise Palmitin-, Stearin- und Ölsäure; die Salze dieser anionischen Substanzen und Seifen, beispielsweise Alkalosalze von Fettsäuren, Naphthensäuren und Harzsäuren, beispielsweise Abietinsäure, alkalilösliche Harze, beispielsweise kolophoniummodifizierte Maleinatharze und Kondensationsprodukte auf Basis von Cyanurchlorid, Taurin,
30 N,N'-Diethylaminopropylamin und p-Phenyldiamin in Betracht. Bevorzugt sind Harzseifen, d.h. Alkalosalze von Harzsäuren.

Als kationaktive Substanzen kommen beispielsweise quaternäre Ammoniumsalze, Fettaminoxalkylate, Polyoxyalkylenamine, oxalkylierte Polyamine,

Fettaminpolyglykolether, primäre, sekundäre oder tertiäre Amine, beispielsweise Alkyl-, Cycloalkyl oder cyclisierte Alkylamine, insbesondere Fettamine, von

- 5 Fettaminen oder Fettalkoholen abgeleitete Di- und Polyamine und deren Oxalkylate, von Fettsäuren abgeleitete Imidazoline, Polyaminoamido- oder Polyaminoverbindungen oder -harze mit einem Aminindex zwischen 100 und 800 mg KOH pro g der Polyaminoamido- oder Polyaminoverbindung, und Salze dieser kationenaktiven Substanzen, wie beispielsweise Acetate oder Chloride, in
- 10 Betracht.

Als nichtionogene und amphotere Substanzen kommen beispielsweise Fettamincarboxyglycinate, Aminoxide, Fettalkoholpolyglykolether, Fettsäurepolyglykolester, Betaine, wie Fettsäureamid-N-propyl-betaïne,

- 15 Phosphorsäureester von aliphatischen und aromatischen Alkoholen, Fettalkoholen oder Fettalkoholpolyglykolethern, Fettsäureamidethoxylate, Fettalkohol-alkylenoxid-Addukte und Alkylphenolpolyglykolether in Betracht.

Mit nichtpigmentären Dispergiermitteln sind Substanzen gemeint, die strukturell

- 20 nicht von organischen Pigmenten abgeleitet sind. Sie werden als Dispergiermittel entweder bereits bei der Herstellung von Pigmenten, oft aber auch bei der Einarbeitung der Pigmente in die zu färbenden Anwendungsmedien, beispielsweise bei der Herstellung von Lacken oder Druckfarben durch

Dispergierung der Pigmente in den entsprechenden Bindemitteln, zugegeben. Es

- 25 können polymere Substanzen sein, beispielsweise Polyolefine, Polyester, Polyether, Polyamide, Polyimine, Polyacrylate, Polyisocyanate, Blockcopolymere daraus, Copolymeren aus den entsprechenden Monomeren oder Polymere einer Klasse, die mit wenigen Monomeren einer anderen Klasse modifiziert sind. Diese polymeren Substanzen tragen polare Ankergruppen wie beispielsweise Hydroxy-,

- 30 Amino-, Imino- und Ammoniumgruppen, Carbonsäure- und Carboxylatgruppen, Sulfonsäure- und Sulfonatgruppen oder Phosphonsäure- und Phosphonatgruppen, und können auch mit aromatischen, nicht pigmentären Substanzen modifiziert sein. Nichtpigmentäre Dispergiermittel können des

weiteren auch chemisch mit funktionellen Gruppen modifizierte aromatische, nicht von organischen Pigmenten abgeleitete Substanzen sein. Derartige nichtpigmentäre Dispergiermittel sind dem Fachmann bekannt und zum Teil im Handel erhältlich (z.B. Solsperse®, Avecia; Disperbyk®, Byk-Chemie, Efka®, Efka).

- 5 Es sollen im Folgenden stellvertretend einige Typen genannt werden, zum Einsatz können jedoch prinzipiell beliebige andere, beschriebene Substanzen kommen, beispielsweise Kondensationsprodukte aus Isocyanaten und Alkoholen, Di- oder Polyolen, Aminoalkoholen oder Di- oder Polyaminen, Polymere aus Hydroxycarbonsäuren, Copolymeren aus Olefinmonomeren oder Vinylmonomeren
- 10 und ethylenisch ungesättigten Carbonsäuren und -estern, urethanhaltige Polymere von ethylenisch ungesättigten Monomeren, urethanmodifizierte Polyester, Kondensationsprodukte auf Basis von Cyanurhalogeniden, Nitroxylverbindungen enthaltende Polymere, Polyesteramide, modifizierte Polyamide, modifizierte Acrylpolymeren, Dispergiermittel mit kammartiger Struktur aus Polyestern und
- 15 Acrylpolymeren, Phosphorsäureester, von Triazin abgeleitete Polymere, modifizierte Polyether, oder von aromatischen, nichtpigmentären Substanzen abgeleitete Dispergiermittel. Dabei werden diese Grundstrukturen vielfach weiter modifiziert, beispielsweise durch chemische Umsetzung mit weiteren, funktionelle Gruppen tragenden Substanzen oder durch Salzbildung.

20

Mit pigmentären Dispergiermitteln sind Pigmentdispergatoren gemeint, die sich von einem organischen Pigment als Grundkörper ableiten und durch chemische Modifizierung dieses Grundkörpers hergestellt werden, beispielsweise saccharinhaltige Pigmentdispergatoren, piperidylhaltige Pigmentdispergatoren,

- 25 von Naphthalin oder Perylen abgeleitete Pigmentdispergatoren, Pigmentdispergatoren mit funktionellen Gruppen, die über eine Methylengruppe mit dem Pigmentgrundkörper verknüpft sind, mit Polymeren chemisch modifizierte Pigmentgrundkörper, Sulfosäure-, Sulfonamid- oder Sulfosäureestergruppen haltige Pigmentdispergatoren, Ether- oder Thioethergruppen haltige
- 30 Pigmentdispergatoren, oder Carbonsäure-, Carbonsäureester- oder Carbonamidgruppen haltige Pigmentdispergatoren.

Anionische Gruppen der als Hilfsmittel eingesetzten nichtpigmentären und pigmentären Dispergatoren, Tenside oder Harze können auch verlackt werden, beispielsweise durch Ca-, Mg-, Ba-, Sr-, Mn- oder Al-Ionen oder durch quaternäre Ammoniumionen. Dies kann vor oder nach dem Finish geschehen.

5

Mit Füllstoffe bzw. Extender sind eine Vielzahl von Substanzen gemäß DIN 55943 und DIN EN 971-1 gemeint, beispielsweise die verschiedenen Typen von Talk, Kaolin, Glimmer, Dolomit, Kalk, Bariumsulfat oder Titandioxid. Dabei hat sich die Zugabe besonders vor der Pulverisierung der getrockneten Pigmentzubereitung bewährt.

10

Die erfindungsgemäße Pigmentzubereitung kann als vorzugsweise wässriger Presskuchen oder Feuchtgranulat zum Einsatz kommen, in der Regel handelt es sich jedoch um feste Systeme von rieselfähiger, pulverförmiger Beschaffenheit oder um Granulate.

15

Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen lassen sich zum Pigmentieren von wässrigen Bindemittelsystemen, beispielsweise von wässrigen Lacksystemen, wässrigen Anstrichfarben und insbesondere wässrigen Druckfarbensystemen, sowie von neueren fargebenden Systemen, wie elektrophotographischen Tonern und Entwicklern, Tinten, insbesondere Ink-Jet-Tinten, Elektretmaterialien, Farbfiltern und Pulverlacken, verwenden.

20

Diese Systeme enthalten hochmolekulare organische Materialien; bezogen auf das zu pigmentierende, hochmolekulare organische Material setzt man die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen in einer Menge von 0,05 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 15 Gew.-%, ein.

25

Wässrige Bindemittelsysteme im Sinne der Erfindung enthalten Wasser und/oder sind mit Wasser verdünnbar.

30

Wässrige Bindemittelsysteme enthalten hochmolekulare organische Materialien, die mit den erfindungsgemäßen Pigmentzusammensetzungen pigmentiert werden, dies sind beispielsweise Celluloseverbindungen, wie beispielsweise Celluloseether und -ester, wie Ethylcellulose, Nitrocellulose, Celluloseacetate oder Cellulosebutyrate, natürliche Bindemittel, wie beispielsweise Kunstharze, wie

Polykondensate, Polyaddukte, Polymerisate und Copolymerisate, wie beispielsweise Aminoplaste, insbesondere Harnstoff- und Melaminformaldehydharze, Alkydharze, Acrylharze, Harnstoffharze, Polyvinyle, wie Polyvinylalkohole, Polyvinylacetale, Polyvinylacetate oder Polyvinylether,

- 5 Polycarbonate, Polyolefine, wie Polystyrol, Polyvinylchlorid, Polyethylen oder Polypropylen, Poly(meth)acrylate und deren Copolymerisate, wie Polyacrylsäureester oder Polyacrylnitrile, Polyamide, Polyester, Polyurethane, Epoxidharze, ungesättigte Kunstharze (Polyester, Acrylate) mit den unterschiedlichen Härtemechanismen, Wachse, Casein, Silikone und Silikonharze;
- 10 einzeln oder in Mischungen.

Dabei spielt es keine Rolle, ob die erwähnten hochmolekularen organischen Verbindungen als Lösungen oder Dispersionen vorliegen. Je nach Verwendungszweck erweist es sich als vorteilhaft, die erfindungsgemäßen

- 15 Pigmentzubereitungen als Blend oder in Form von Präparationen oder Dispersionen zu benutzen.

Die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen sind auch geeignet als Farbmittel in elektrophotographischen Tonern und Entwicklern, wie beispielsweise Ein- oder

- 20 Zweikomponentenpulvertonern (auch Ein- oder Zweikomponenten-Entwickler genannt), Magnettoner, Flüssigtoner, Latextoner, Polymerisationstoner sowie Spezialtoner.

Typische Tonerbindemittel sind Polymerisations-, Polyadditions- und Polykondensationsharze, wie Styrol-, Styrolacrylat-, Styrolbutadien-, Acrylat-,

- 25 Polyester-, Phenol-Epoxidharze, Polysulfone, Polyurethane, einzeln oder in Kombination, sowie Polyethylen und Polypropylen, die noch weitere Inhaltsstoffe, wie Ladungssteuermittel, Wachse oder Fließhilfsmittel, enthalten können oder im nachhinein mit diesen Zusätzen modifiziert werden.

- 30 Des weiteren sind die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen geeignet als Farbmittel in Pulverlacken, insbesondere in triboelektrisch oder elektrokinetisch versprühbaren Pulverlacken, die zur Oberflächenbeschichtung von Gegenständen

aus beispielsweise Metall, Holz, Kunststoff, Glas, Keramik, Beton, Textilmaterial, Papier oder Kautschuk zur Anwendung kommen.

Als Pulverlackharze werden typischerweise Epoxidharze, carboxyl- und hydroxylgruppenhaltige Polyesterharze, Polyurethan- und Acrylharze zusammen

- 5 mit üblichen Härtern eingesetzt. Auch Kombinationen von Harzen finden Verwendung. So werden beispielsweise häufig Epoxidharze in Kombination mit carboxyl- und hydroxylgruppenhaltigen Polyesterharzen eingesetzt. Typische Härterkomponenten (in Abhängigkeit vom Harzsystem) sind beispielsweise Säureanhydride, Imidazole sowie Dicyandiamid und deren Abkömmlinge,
- 10 verkappte Isocyanate, Bisacylurethane, Phenol- und Melaminharze, Triglycidylisocyanurate, Oxazoline und Dicarbonsäuren.

Gegenstand der Erfindung ist weiterhin die Verwendung der beschriebenen Pigmentzubereitung als Farbmittel für Drucktinten, insbesondere für Ink-Jet-

- 15 Tinten.

Unter Ink-Jet-Tinten versteht man sowohl Tinten auf wässriger (einschließlich Mikroemulsionstinten) und nicht-wässriger („solvent-based“) Basis, UV-härtbare Tinten sowie solche Tinten, die nach dem Hot-Melt-Verfahren arbeiten.

- 20 Ink-Jet-Tinten auf Lösungsmittelbasis enthalten im wesentlichen 0,5 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 15 Gew.-%, der erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung, 70 bis 95 Gew.-% eines organischen Lösungsmittels oder Lösungsmittelgemisches und/oder einer hydrotropen Verbindung. Gegebenenfalls können die lösungsmittelbasierenden Ink-Jet-Tinten Trägermaterialien und Bindemittel
- 25 enthalten, die im „Solvens“ löslich sind, wie z.B. Polyolefine, Natur- und Synthesekautschuk, Polyvinylchlorid, Vinylchlorid/Vinylacetat-Copolymerisate, Polyvinylbutyrale, Wachs/Latex-Systeme oder Kombinationen dieser Verbindungen.
- Gegebenenfalls können die lösungsmittelbasierenden Ink-Jet-Tinten noch weitere
- 30 Zusatzstoffe enthalten, wie z.B. Netzmittel, Entgaser/Entschäumer, Konservierungsmittel und Antioxidantien.

Mikroemulsionstinten basieren auf organischen Lösemitteln, Wasser und gegebenenfalls einer zusätzlichen Substanz, die als Grenzflächenvermittler wirkt (Tensid). Mikroemulsionstinten enthalten 0,5 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise 1 bis 15 Gew.-%, der erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung, 0,5 bis 95 Gew.-%

- 5 Wasser und 0,5 bis 95 Gew.-% organische Lösungsmittel und/oder Grenzflächenvermittler.

UV-härtbare Tinten enthalten im wesentlichen 0,5 bis 30 Gew.-% der erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung, 0,5 bis 95 Gew.-% Wasser, 0,5 bis

- 10 95 Gew.-% eines organischen Lösungsmittels oder Lösungsmittelgemisches, 0,5 bis 50 Gew.-% eines strahlungshärtbaren Bindemittels und gegebenenfalls 0 bis 10 Gew.-% eines Photoinitiators.

Hot-Melt-Tinten basieren meist auf Wachsen, Fettsäuren, Fettalkoholen oder Sulfonamiden, die bei Raumtemperatur fest sind und bei Erwärmen flüssig

- 15 werden, wobei der bevorzugte Schmelzbereich zwischen ca. 60 und ca. 140°C liegt.

Hot-Melt-Ink-Jet-Tinten bestehen im wesentlichen aus 20 bis 90 Gew.-% Wachs und 1 bis 10 Gew.-% der erfindungsgemäßen Pigmentzubereitung. Weiterhin können 0 bis 20 Gew.-% eines zusätzlichen Polymers (als „Farbstoffflöser“), 0 bis

- 20 5 Gew.-% Dispergiermittel, 0 bis 20 Gew.-% Viskositätsveränderer, 0 bis 20 Gew.-% Plastifizierer, 0 bis 10 Gew.-% Klebrigkeitszusatz, 0 bis 10 Gew.-% Transparenzstabilisator (verhindert z.B. die Kristallisation des Wachses) sowie 0 bis 2 Gew.-% Antioxidans enthalten sein.

- 25 Die erfindungsgemäßen Drucktinten, insbesondere Ink-Jet-Tinten, können hergestellt werden, indem die Farbmittelpräparationen in das Mikroemulsionsmedium in das nicht-wässrige Medium oder in das Medium zur Herstellung der UV-härtbaren Tinte oder in das Wachs zur Herstellung einer Hot-Melt-Ink-Jet-Tinte eindispersiert wird.

- 30 Zweckmäßigerweise werden die dabei erhaltenen Drucktinten für Ink-Jet-Anwendungen anschließend filtriert (z.B. über einen 1 µm Filter).

Weiterhin sind die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen auch als Farbmittel für Farbfilter, sowohl für die additive wie auch für die subtraktive Farberzeugung, sowie als Farbmittel für elektronische Tinten („electronic inks“ bzw. „e-inks“) oder „electronic paper“ („e-paper“) geeignet.

- 5 Bei der Herstellung sogenannter Farbfilter, sowohl reflektierender wie durchsichtiger Farbfilter, werden Pigmente in Form einer Paste oder als pigmentierte Photoresists in geeigneten Bindemitteln (Acrylate, Acrylester, Polyimide, Polyvinylalkohole, Epoxide, Polyester, Melamine, Gelantine, Caseine) auf die jeweiligen LCD-Bauteilen (z.B. TFT-LCD= Thin Film Transistor Liquid Crystal Displays oder z.B. ((S) TN-LCD = (Super) Twisted Nematic-LCD) aufgebracht. Neben einer hohen Thermostabilität ist für eine stabile Paste bzw. einem pigmentierten Photoresist auch eine hohe Pigmentreinheit Voraussetzung. Darüberhinaus können die pigmentierten Color Filter auch durch Ink Jet-Druckverfahren oder andere geeignete Druckverfahren aufgebracht werden.
- 10
- 15 Es war überraschend und nicht vorhersehbar, dass die erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen beim Einsatz in wässrigen Druckfarbensystemen und den neueren fargebenden Systemen zu guten Ergebnissen führen.
- 20 Zur Beurteilung der Eigenschaften der Pigmentzubereitungen auf dem Drucksektor wurde aus der Vielzahl der bekannten wässrigen Drucksysteme ein wässriges Flexodrucksystem auf Acrylharzbasis (FD) ausgewählt.

Zur Beurteilung der Eignung der Pigmentzubereitungen zur Verwendung bei der
- 25 Herstellung von elektrophotographischen Tonern wurde ihre Dispergierbarkeit in wässrigen Systemen geprüft. Dazu wurde eine wässrige Weißdispersionsfarbe auf Polyvinylacetatbasis (PVA) gewählt. Die Pigmentzubereitung wird in Form einer wässrigen Dispersion in dieses PVA-System eingerührt. Die wässrige Dispersion besteht aus 17 Gew.-% Pigmentzubereitung, 1,5 Gew.-% anionischem
- 30 Dispergiermittel (z.B. Sulfat oder Sulfonat) und 81,5 Gew.-% Wasser, hergestellt durch Perlmahlung mit keramischen Perlen mit 0,4 bis 0,6 mm Durchmesser.

Die Bestimmung der Farbstärke und des Chroma erfolgte nach DIN 5033,

DIN 55986 und DIN 53235.

Die Bestimmung der Viskosität erfolgte nach dem Verdünnen des Mahlguts auf die Pigmentendkonzentration mit dem Viskospatel nach Rossmann, Typ 301 der Firma Erichsen.

- 5 Die Viskosität der Druckfarben wurde mittels eines Rotationsviskosimeters gemessen.
Glanzmessungen erfolgten an Folienaufgüsse unter einem Winkel von 20° nach DIN 67530 (ASTMD 523) mit dem "multigloss"-Glanzmeßgerät der Firma Byk-Mallinckrodt.
- 10 In den nachfolgenden Beispielen bedeuten Teile jeweils Gewichtsteile und Prozente jeweils Gewichtsprozente.

Beispiel 1

- 15 a) Diazokomponente
84 Teile 5-Nitro-2-aminoanisol werden in 210 Teilen Wasser und 132,2 Teilen Salzsäure 31 %ig angeschlämmt. Mit 420 Teilen Eis-Wasser-Gemisch wird auf 0°C abgekühlt, durch Zugabe von 85,2 Teilen Natriumnitrit-Lösung 40 %ig diazotiert.
- 20 b) Kuppler
In 1345 Teilen Wasser und 104 Teilen Natronlauge 25 %ig werden 103,5 Teile Acetessig-o-anisidid gelöst. Nach Zugabe von 3,5 Teilen einer 20 %igen wässrigen Lösung von Natriumlaurylsulfat wird durch Zugabe von Eis auf 10°C abgekühlt. Durch Zugabe von 48,1 Teilen Essigsäure 80 %ig wird der Kuppler gefällt. Dann werden eine Lösung von 20 Teilen eines maleinsäuremodifizierten Kolophoniumharzester in 168 Teilen Wasser und 27,3 Teilen Natronlauge 25 %ig zugegeben und mit Essigsäure 80 %ig pH 9,8 gestellt.
- 25 c) Kupplung
Die Diazokomponente wird in einer Stunde zum Kuppler zugegeben.

d) Zugabe des Pigmentdispergators und eines Hilfsmittels

Es werden 3,9 Teile C.I. Pigment Yellow 62 und 3,9 Teile hydriertes Talgfettamin, gelöst in 50 Teilen Wasser mit 6,4 Teilen Essigsäure 80 %ig zugegeben. Dann wird 17 Stunden bei 80°C gerührt. Die Suspension wird filtriert, der Presskuchen

5 wird bei 130°C getrocknet.

e) Prüfung

Im FD-System werden farbstarke Drucke erhalten mit reinem Farbton, hohem Glanz und hoher Transparenz, die Viskosität der Druckfarbe ist niedrig.

10 Im PVA-System werden farbstarke und transparente Färbungen von reinem Farbton erhalten. Dies zeigt die gute Dispergierbarkeit.

Beispiel 2

Das Beispiel 1 wird durchgeführt mit dem einzigen Unterschied, dass 3,9 Teile C.I.

15 Pigment Yellow 168 an Stelle der 3,9 Teile C.I. Pigment Yellow 62 eingesetzt werden.

Im FD-System werden farbstarke Drucke erhalten mit reinem Farbton, hohem Glanz und hoher Transparenz, die Viskosität der Druckfarbe ist niedrig.

20 Im PVA-System werden farbstarke und transparente Färbungen von reinem Farbton erhalten. Dies zeigt die gute Dispergierbarkeit.

Beispiel 3

380 g eines handelsüblichen Pigments P.Y.74 werden mit 20 g

25 Pigmentdispergator P.Y.62 mechanisch gemischt.

Die Beispiele in der nachfolgenden Tabelle wurden durchgeführt analog zu Beispiel 3.

| Beispiel | Gehalt der Pigmentzubereitung an Pigmentdispergator |
|----------|---|
| 3 | 5 % P.Y.62 |
| 4 | 10 % P.Y.62 |
| 5 | 2 % P.Y.62 |

| Beispiel | Gehalt der Pigmentzubereitung an Pigmentdispergator |
|----------|---|
| 6 | 20 % P.Y.62 |
| 7 | 0,1 % P.Y.169 |
| 8 | 5 % P.Y.169 |
| 9 | 10 % P.Y.169 |

Im FD-System werden mit den Beispiel 3 bis 9 farbstarke Drucke von hoher Reinheit, Glanz und Transparenz erhalten, die Viskosität der Druckfarben ist niedrig.

5

Beispiel 10: Synthese P.Y.62 unverlackt

a) Diazokomponente

109 Teile o-Nitroanilin-p-sulfonsäure werden in 210 ml Wasser und 118 ml

10 Salzsäure 31%ig angeschlämmt. Mit Eis wird auf 4°C abgekühlt und mit 65 ml Natriumnitritlösung 40 %ig diazotiert.

b) Kuppler

1345 ml Wasser, 80 ml Natronlauge 25 %ig und 95,5 g Acetessig-o-toluidid

15 werden 1 h gerührt. mit Eis wird auf 10°C abgekühlt, dann wird der Kuppler mit 45 ml Essigsäure 80 %ig gefällt. Mit Essigsäure wird pH 6,0 gestellt.

c) Kupplung

Die Diazosuspension wird unter die Oberfläche der Kuppelgutsuspension

20 zugegeben. Die Kuppelsuspension wird filtriert, der Presskuchen mit Wasser gewaschen. Es wird 30 %iger wässrig-feuchter Presskuchen der unverlackten P.Y.62 erhalten.

Beispiel 11**a) Diazokomponente**

42 Teile 5-Nitro-2-aminoanisol werden in 105 Teilen Wasser und 59 ml Salzsäure

- 5 31 %ig angeschlämmt. Mit Eis wird auf 0°C abgekühlt, durch Zugabe von 33 ml Natriumnitrit-Lösung 40 %ig diazotiert.

b) Kuppler und Pigmentdispergator

In 672 ml Wasser und 40 ml Natronlauge 25 %ig werden 51,7 Teile Acetessig-o-

- 10 anisidid gelöst. Nach Zugabe von 1,8 Teilen einer 30 %igen wässrigen Lösung von Natriumlaurylsulfat wird durch Zugabe von Eis auf 10°C abgekühlt. Durch Zugabe von 22 ml Essigsäure 80 %ig wird der Kuppler gefällt. Mit Essigsäure wird pH 6 bis 7 eingestellt. Dann wird eine Lösung von 10 Teilen eines maleinsäuremodifizierten Kolophonumharzester in 84 ml Wasser und 10,5 ml
- 15 Natronlauge 25%ig zugegeben und mit Essigsäure 80 %ig auf pH 9,8 gestellt. Es werden 3,2 Teile eines 30%igen wässrig-feuchten Presskuchens von unverlacktem P.Y. 62, hergestellt gemäß Beispiel 10, zugegeben.

c) Kupplung

- 20 Die Diazokomponente wird in einer Stunde zum Kuppler zugegeben.

d) Zugabe eines Hilfsmittels und Verlackung des Pigmentdispergators

Es werden 4,8 Teile Cocosfettamin zugegeben. Dann werden 0,3 Teile

Calciumchlorid, gelöst in 30 Teilen Wasser, zugegeben. Es wird mit Dampf auf

- 25 80°C erwärmt und 17 Stunden bei 80°C gerührt. Die Suspension wird filtriert, der Presskuchen wird bei 130°C getrocknet.

Im FD-System werden farbstarke Drucke erhalten mit reinem Farbton, die Viskosität der Druckfarbe ist niedrig.

Beispiel 12**a) Diazokomponente und Pigmentdispergator**

42 Teile 5-Nitro-2-aminoanisol werden in 105 Teilen Wasser und 59 ml Salzsäure

5 31 %ig angeschlämmt. Mit Eis wird auf 0°C abgekühlt, durch Zugabe von 33 ml Natriumnitrit-Lösung 40 %ig diazotiert. Es werden 9,7 Teile eines 30 %igen wässrig-feuchten Presskuchens von unverlacktem P.Y.62, hergestellt gemäß Beispiel 10, zugegeben.

10 b) Kuppler

In 672 ml Wasser und 40 ml Natronlauge 25 %ig werden 51,7 Teile Acetessig-o-anisidid gelöst. Nach Zugabe von 1,8 Teilen einer 30 %igen wässrigen Lösung von Natriumlaurylsulfat wird durch Zugabe von Eis auf 10°C abgekühlt. Durch Zugabe von 22 ml Essigsäure 80 %ig wird der Kuppler gefällt. Mit Essigsäure wird

15 pH 6 bis 7 eingestellt. Dann wird eine Lösung von 10 Teilen eines maleinsäuremodifizierten Kolophonumharzester in 84 ml Wasser und 10,5 ml Natronlauge 25%ig zugegeben und mit Essigsäure 80 %ig auf pH 9,8 gestellt.

c) Kupplung

20 Die Diazokomponente wird in einer Stunde zum Kuppler zugegeben.

d) Zugabe eines Hilfsmittels und Verlackung des Pigmentdispergators

Es werden 1,9 Teile eines 25 mol-fach ethoxylierten C₁₆-C₁₈-Fettalkohols und 1,6

Teile Bariumchlorid, gelöst in 30 ml Wasser, zugegeben. Es wird mit Dampf auf

25 80°C erwärmt und 17 Stunden bei 80°C gerührt. Die Suspension wird filtriert, der Presskuchen wird bei 130°C getrocknet.

Im FD-System werden farbstarke Drucke erhalten mit reinem Farbton und hohem Glanz und Transparenz, die Viskosität der Druckfarbe ist niedrig.

Beispiel 13**a) Diazokomponente**

42 Teile 5-Nitro-2-aminoanisol werden in 105 Teilen Wasser und 59 ml Salzsäure

5 31 %ig angeschlämmt. Mit Eis wird auf 0°C abgekühlt, durch Zugabe von 33 ml Natriumnitrit-Lösung 40 %ig diazotiert.

b) Kuppler und Pigmentdispergator

In 672 ml Wasser und 40 ml Natronlauge 25 %ig werden 51,7 Teile Acetessig-o-

10 anisidid gelöst. Es werden 3,2 Teile eines 30 %igen wässrig-feuchten Presskuchens von unverlacktem P.Y.62, hergestellt gemäß Beispiel 10, zugegeben. Nach Zugabe von 1,8 Teilen einer 30 %igen wässrigen Lösung von Natriumlaurylsulfat wird durch Zugabe von Eis auf 10°C abgekühlt. Durch Zugabe von 22 ml Essigsäure 80 %ig wird der Kuppler gefällt. Mit Essigsäure wird pH 6 bis 15 7 eingestellt. Dann wird eine Lösung von 10 Teilen eines maleinsäuremodifizierten Kolophoniumharzester in 84 ml Wasser und 10,5 ml Natronlauge 25 %ig zugegeben und mit Essigsäure 80 %ig auf pH 9,8 gestellt.

c) Kupplung

20 Die Diazokomponente wird in einer Stunde zum Kuppler zugegeben.

d) Zugabe eines Hilfsmittels und Verlackung des Pigmentdispergators

Es werden 2,9 Teile Dehydroabietylamin, gelöst in 15 ml Wasser und 1,0 ml

Essigsäure, und 0,7 Teile Strontiumchlorid-Hexahydrat, gelöst in 10 ml Wasser,

25 zugegeben. Es wird mit Dampf auf 80°C erwärmt und 17 Stunden bei 80°C gerührt. Die Suspension wird filtriert, der Presskuchen wird bei 130°C getrocknet.

Im FD-System werden farbstarke Drucke erhalten mit reinem Farbton und hohem Glanz und Transparenz, die Viskosität der Druckfarbe ist niedrig.

Beispiel 14**a) Diazokomponente**

42 Teile 5-Nitro-2-aminoanisol werden in 105 Teilen Wasser und 59 ml Salzsäure

5 31 %ig angeschlämmt. Mit Eis wird auf 0°C abgekühlt, durch Zugabe von 33 ml Natriumnitrit-Lösung 40 %ig diazotiert.

b) Kuppler

In 672 ml Wasser und 40 ml Natronlauge 25 %ig werden 51,7 Teile Acetessig-o-

10 anisidid gelöst. Nach Zugabe von 1,8 Teilen einer 30 %igen wässrigen Lösung von Natriumlaurylsulfat wird durch Zugabe von Eis auf 10°C abgekühlt. Durch Zugabe von 22 ml Essigsäure 80 %ig wird der Kuppler gefällt. Mit Essigsäure wird pH 6 bis 7 eingestellt. Dann wird eine Lösung von 10 Teilen eines maleinsäuremodifizierten Kolophoniumharzester in 84 ml Wasser und 10,5 ml

15 Natronlauge 25 %ig zugegeben und mit Essigsäure 80 %ig auf pH 9,8 gestellt.

c) Kupplung

Die Diazokomponente wird in einer Stunde zum Kuppler zugegeben.

d) Zugabe Pigmentdispergator, Hilfsmittel und Verlackung des Pigmentdispergators

Es werden 16,1 Teile eines 30 %igen wässrig-feuchten Presskuchens von unverlacktem P.Y.62, hergestellt gemäß Beispiel 10, zugegeben. Dann werden 4,8 Teile Talgfettpropylendiamin und 1,8 Teile Aluminiumchlorid, gelöst in 30 ml Wasser, zugegeben. Es wird mit Dampf auf 80°C erwärmt und 17 Stunden bei 80°C gerührt. Die Suspension wird filtriert, der Presskuchen wird bei 130°C getrocknet.

Im FD-System werden farbstarke Drucke erhalten mit reinem Farbton und hoher

30 Transparenz, die Viskosität der Druckfarbe ist niedrig.

Beispiel 15**a) Diazokomponente**

42 Teile 5-Nitro-2-aminoanisol werden in 105 Teilen Wasser und 59 ml Salzsäure

- 5 31 %ig angeschlämmt. Mit Eis wird auf 0°C abgekühlt, durch Zugabe von 33 ml Natriumnitrit-Lösung 40 %ig diazotiert.

b) Kuppler

In 672 ml Wasser und 40 ml Natronlauge 25 %ig werden 51,7 Teile Acetessig-o-

- 10 anisidid gelöst. Nach Zugabe von 1,8 Teilen einer 30 %igen wässrigen Lösung von Natriumlaurylsulfat wird durch Zugabe von Eis auf 10°C abgekühlt. Durch Zugabe von 22 ml Essigsäure 80 %ig wird der Kuppler gefällt. Mit Essigsäure wird pH 6 bis 7 eingestellt. Dann wird eine Lösung von 10 Teilen eines maleinsäuremodifizierten Kolophonumharzester in 84 ml Wasser und 10,5 ml
- 15 Natronlauge 25%ig zugegeben und mit Essigsäure 80 %ig auf pH 9,8 gestellt.

c) Kupplung

Die Diazokomponente wird in einer Stunde zum Kuppler zugegeben.

20 d) Zugabe Pigmentdispergator und Verlackung des Pigmentdispergators

Es werden 6,4 Teile eines 30 %igen wässrig-feuchten Presskuchens von unverlacktem P.Y. 62, hergestellt gemäß Beispiel 10, zugegeben. Dann werden 3,1 Teile Cocosalkyldimethylbenzylammoniumchlorid zugegeben. Es wird mit Dampf auf 80°C erwärmt und 17 Stunden bei 80°C gerührt. Die Suspension wird

25 filtriert, der Presskuchen wird bei 130°C getrocknet.

Im FD-System werden farbstarke Drucke erhalten mit reinem Farbton und hohem Glanz und Transparenz, die Viskosität der Druckfarbe ist niedrig.

Beispiel 16: Synthese P.Y.61**a) Diazokomponente**

109 Teile o-Nitroanilin-p-sulfonsäure werden in 210 ml Wasser und 118 ml

- 5 Salzsäure 31 %ig angeschlämmt. Mit Eis wird auf 4°C abgekühlt und mit 65 ml Natriumnitritlösung 40%ig diazotiert.

b) Kuppler

1345 ml Wasser, 80 ml Natronlauge 25 %ig und 45 ml Essigsäure 80 %ig werden

- 10 vorgelegt und 88,6 g Acetessig-o-anilid werden eingestreut. Mit Essigsäure wird pH 6,0 gestellt. Mit Eis wird auf 15°C abgekühlt.

c) Kupplung

Die Diazosuspension wird unter die Oberfläche der Kuppelgutsuspension

- 15 zugegeben. Dann wird 30 min gerührt, eine Lösung von 66,6 g Calciumchlorid in 150 ml Wasser zugegeben und auf 80°C geheizt. Es wird 1 Stunde bei 80°C gerührt. Die Kuppelsuspension wird filtriert, der Presskuchen mit Wasser gewaschen. Man erhält 38%igen wässrigen Presskuchen von P.Y.61.

20 Beispiel 17**a) Diazokomponente**

42 Teile 5-Nitro-2-aminoanisol werden in 105 Teilen Wasser und 59 ml Salzsäure

31 %ig angeschlämmt. Mit Eis wird auf 0°C abgekühlt, durch Zugabe von 33 ml

- 25 Natriumnitrit-Lösung 40 %ig diazotiert.

b) Kuppler und Pigmentdispergator

In 672 ml Wasser und 40 ml Natronlauge 25%ig werden 51,7 Teile Acetessig-o-anisidid gelöst. Nach Zugabe von 1,8 Teilen einer 30 %igen wässrigen Lösung

- 30 von Natriumlaurylsulfat wird durch Zugabe von Eis auf 10°C abgekühlt. Durch Zugabe von 22 ml Essigsäure 80 %ig wird der Kuppler gefällt. Mit Essigsäure wird pH 6 bis 7 eingestellt. Dann wird eine Lösung von 10 Teilen eines maleinsäuremodifizierten Kolophoniumharzester in 84 ml Wasser und 10,5 ml

Natronlauge 25 %ig zugegeben und mit Essigsäure 80 %ig auf pH 9,8 gestellt. Dann werden 12,7 g eines wässrigen, 38%igen Presskuchens von P.Y.61, hergestellt gemäß Beispiel 16, zugegeben.

5 c) Kupplung

Die Diazokomponente wird in einer Stunde zum Kuppler zugegeben.

d) Zugabe des Pigmentdispergators und eines Hilfsmittels

Es werden 1,9 Teile hydriertes Talgfettamin, gelöst in 25 ml Wasser mit 5 ml

10 Essigsäure 80 %ig zugegeben. Dann wird 17 Stunden bei 80°C gerührt. Die Suspension wird filtriert, der Presskuchen wird bei 130°C getrocknet.

Im FD-System werden farbstarke Drucke erhalten mit reinem Farbton und hohem Glanz und Transparenz.

15

Beispiel 18

Beispiel 17 wird wiederholt mit dem einzigen Unterschied, das 4,8 g eines handelsüblichen P.Y.191:1 als Pigmentdispergator eingesetzt werden an Stelle

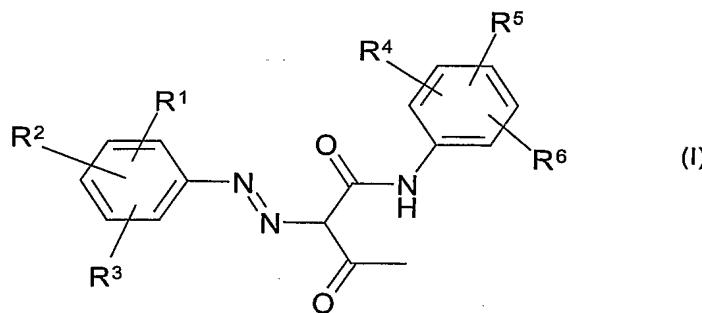
20 der 12,7 g eines wässrigen, 38%igen Presskuchens von P.Y.61.

Im FD-System werden farbstarke Drucke erhalten mit reinem Farbton und hohem Glanz, die Viskosität der Druckfarbe ist niedrig.

Patentansprüche:

- 1) Verwendung einer Pigmentzubereitung, enthaltend C.I. Pigment Yellow 74 als Basispigment und einen oder mehrere Pigmentdispergatoren der Formel (I)

5



worin

R^1, R^2, R^3, R^4, R^5 und R^6 unabhängig voneinander Wasserstoff, Halogen, C₁-C₄-

10 Alkyl, C₁-C₄-Alkoxy, Nitro, Trifluormethyl, Cyano, Phenyl, eine SO₃⁻E⁺- oder eine COO⁻E⁺-Gruppe bedeuten, mit der Maßgabe, dass mindestens eine und höchstens zwei ionische Gruppen des Typs SO₃⁻E⁺- oder COO⁻E⁺ vorhanden sind, und dass im Falle von zwei ionischen Gruppen die eine Gruppe im Kupplerrest und die andere im Basenrest der Verbindung der Formel (I) sitzt;

15 E⁺ H⁺;

das Äquivalent M^{m+}/m eines Metallkations M^{m+}, wobei m eine der Zahlen 1, 2 oder 3 ist;

ein Phosphoniumion; oder ein unsubstituiertes oder substituiertes Ammoniumion bedeutet;

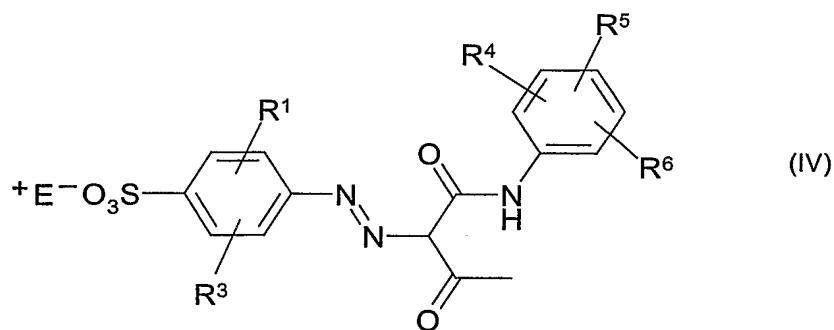
20 zum Pigmentieren von elektrophotographischen Tonern und Entwicklern, Tinten, wässrigen Bindemittelsystemen und Farbfiltern.

2) Verwendung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass R^1, R^2, R^3, R^4, R^5 und R^6 Wasserstoff, Chlor, Methyl, Trifluormethyl oder Methoxy bedeuten.

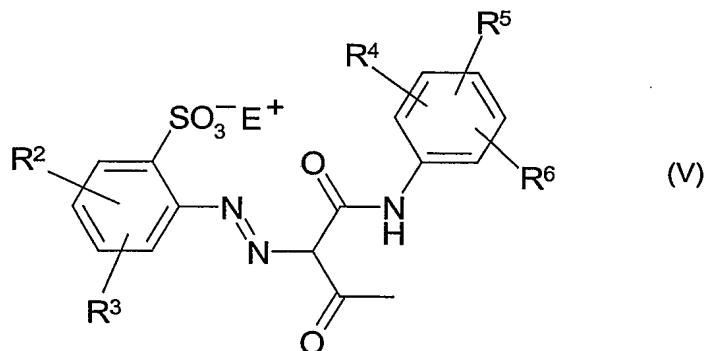
25

3) Verwendung nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Pigmentdispergator der Formel (I) eine ionische Gruppe SO₃⁻E⁺ trägt.

- 4) Verwendung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass E^+ die Bedeutung H^+ , Na^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Mn^{2+} oder Al^{3+} hat.
- 5 5) Verwendung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass Pigmentdispergatoren der Formel (IV)



10 und der Formel (V)



eingesetzt werden.

- 15 6) Verwendung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass C.I. Pigment Yellow 61, 61:1, 62, 62:1, 168, 169 und/oder 191:1 als Pigmentdispergatoren eingesetzt werden.
- 20 7) Verwendung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Pigmentzubereitung

a) 50 bis 99,9 Gew.-%, vorzugsweise 60 bis 99,5 Gew.-%, Pigment Yellow 74,

b) 0,1 bis 25 Gew.-%, vorzugsweise 0,5 bis 15 Gew.-%, 1, 2, 3, 4, 5 oder 6,
vorzugsweise 1, 2, 3 oder 4, Pigmentdispergatoren der Formel (I),

c) 0 bis 25 Gew.-%, vorzugsweise 0 bis 15 Gew.-% an Hilfsmitteln,

5 wobei die Anteile der jeweiligen Komponenten auf das Gesamtgewicht der
Zubereitung (100 Gew.-%) bezogen sind, enthält.

8) Verwendung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7 zum
Pigmentieren von Ink-Jet-Tinten.

10

9) Verwendung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Ink-Jet-
Tinte eine Mikroemulsionstinte, eine solvent-based Ink-Jet-Tinte oder eine Hot-
melt-Ink-Jet-Tinte ist.

15 10) Verwendung nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7 zum
Pigmentieren von wässrigen Druckfarben, wässrigen Anstrichfarben und
wässrigen Lacken.

11) Verwendung nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 10 in einer
20 Menge von 0,05 bis 30 Gew.-%, bezogen auf das zu pigmentierende Material.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP2004/013945

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 C09B67/22 C09D11/00 G03G9/08 G03F7/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 C09B C09D G03G G03F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category ° | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-------------------------------------|---|--|
| X | DATABASE WPI Section Ch, Week 199834 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class E21, AN 1998-393679 XP002317840 -& JP 10 158555 A (DAINICHISEIKA COLOR & CHEM MFG) 16 June 1998 (1998-06-16) abstract ----- GB 2 364 322 A (* ILFORD IMAGING UK LIMITED) 23 January 2002 (2002-01-23) page 4, line 6 ----- EP 1 316 588 A (TOYO INK MANUFACTURING CO., LTD) 4 June 2003 (2003-06-04) page 3, line 47 - line 49 examples 4,6 page 4, line 30 - line 32 ----- | 1-4,7-11 1,3,4, 7-9,11 1,3,4, 7-11 -/-- |
| <input checked="" type="checkbox"/> | Further documents are listed in the continuation of box C. | <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex. |

° Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority, claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the International filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

Date of mailing of the international search report

4 April 2005

15/04/2005

Name and mailing address of the ISA

Authorized officer

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Ketterer, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP2004/013945

| C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT | | |
|--|--|-----------------------|
| Category | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
| A | WO 02/064680 A (CLARIANT GMBH; WEBER, JOACHIM; WILKER, GERHARD; BRYCHCY, KLAUS; DIETZ,) 22 August 2002 (2002-08-22) page 8, line 16 – page 9, line 11 page 15, line 26 – page 17, line 24 ----- | 1,8-11 |
| A | US 3 759 733 A (BRANDLEY G, GB ET AL) 18 September 1973 (1973-09-18) cited in the application column 1, line 24 column 1, line 55 – line 68 column 2, line 1 – line 9 column 3, line 10 – line 30 examples 20-22 ----- | 1-4,7,10 |
| A | JP 45 011026 B (TOYO INK MFG CO) 21 April 1970 (1970-04-21) cited in the application the whole document ----- | 1 |
| A | US 6 503 317 B1 (ORTALANO DARREN MARK ET AL) 7 January 2003 (2003-01-07) claims 8,20 column 5, line 42 ----- | 1 |
| A | US 5 024 698 A (SCHWARTZ ET AL) 18 June 1991 (1991-06-18) abstract; claims 15,16 ----- | 1,10 |
| A | US 4 457 783 A (HAMILTON ET AL) 3 July 1984 (1984-07-03) abstract column 1, line 8 – line 12 ----- | 1,8,10 |
| A | GB 2 356 634 A (* ILFORD IMAGING UK LIMITED) 30 May 2001 (2001-05-30) page 2 – page 3 ----- | 1-4,8 |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

| |
|---|
| International Application No PCT/EP2004/013945 |
|---|

| Patent document cited in search report | | Publication date | | Patent family member(s) | Publication date |
|--|----|------------------|------|-------------------------|------------------|
| JP 10158555 | A | 16-06-1998 | JP | 3055673 B2 | 26-06-2000 |
| GB 2364322 | A | 23-01-2002 | NONE | | |
| EP 1316588 | A | 04-06-2003 | JP | 2003165920 A | 10-06-2003 |
| | | | JP | 2003165919 A | 10-06-2003 |
| | | | CA | 2413341 A1 | 03-06-2003 |
| | | | CN | 1429864 A | 16-07-2003 |
| | | | EP | 1316588 A2 | 04-06-2003 |
| | | | US | 2003140819 A1 | 31-07-2003 |
| WO 02064680 | A | 22-08-2002 | DE | 10106147 A1 | 14-08-2002 |
| | | | CN | 1484679 A | 24-03-2004 |
| | | | WO | 02064680 A1 | 22-08-2002 |
| | | | EP | 1362081 A1 | 19-11-2003 |
| | | | JP | 2004531593 T | 14-10-2004 |
| | | | US | 2004060478 A1 | 01-04-2004 |
| US 3759733 | A | 18-09-1973 | GB | 1356254 A | 12-06-1974 |
| | | | BE | 770037 A1 | 17-01-1972 |
| | | | CA | 962006 A1 | 04-02-1975 |
| | | | CH | 564067 A5 | 15-07-1975 |
| | | | DE | 2135468 A1 | 24-02-1972 |
| | | | FR | 2101733 A5 | 31-03-1972 |
| | | | NL | 7109790 A | 18-01-1972 |
| JP 45011026 | B | | NONE | | |
| US 6503317 | B1 | 07-01-2003 | CA | 2320061 A1 | 02-12-1999 |
| | | | EP | 1047739 A1 | 02-11-2000 |
| US 5024698 | A | 18-06-1991 | AT | 157690 T | 15-09-1997 |
| | | | CA | 2078862 A1 | 23-09-1991 |
| | | | DE | 69127540 D1 | 09-10-1997 |
| | | | DE | 69127540 T2 | 22-01-1998 |
| | | | DK | 524941 T3 | 14-04-1998 |
| | | | EP | 0524941 A1 | 03-02-1993 |
| | | | ES | 2107455 T3 | 01-12-1997 |
| | | | FI | 923865 A | 28-08-1992 |
| | | | JP | 5505412 T | 12-08-1993 |
| | | | WO | 9114744 A1 | 03-10-1991 |
| US 4457783 | A | 03-07-1984 | CA | 1184704 A1 | 02-04-1985 |
| | | | DE | 3269679 D1 | 10-04-1986 |
| | | | DK | 481382 A ,B, | 01-05-1983 |
| | | | EP | 0079303 A2 | 18-05-1983 |
| | | | JP | 1728500 C | 19-01-1993 |
| | | | JP | 4012306 B | 04-03-1992 |
| | | | JP | 58084873 A | 21-05-1983 |
| GB 2356634 | A | 30-05-2001 | NONE | | |

INTERNATIONA^R RECHERCHENBERICHT

Intern. Aktenzeichen
PCT/EP2004/013945

A. KLASSEFIZIERTUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPC 7 C09B67/22 C09D11/00 G03G9/08 G03F7/00

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK:

B. RECHERCHIERTE GEBiete

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 C09B C09D G03G G03F

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie ^a | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
|------------------------|--|--------------------|
| X | DATABASE WPI Section Ch, Week 199834 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class E21, AN 1998-393679 XP002317840 -& JP 10 158555 A (DAINICHISEIKA COLOR & CHEM MFG) 16. Juni 1998 (1998-06-16) Zusammenfassung | 1-4,7-11 |
| X | GB 2 364 322 A (* ILFORD IMAGING UK LIMITED) 23. Januar 2002 (2002-01-23) Seite 4, Zeile 6 | 1,3,4, 7-9,11 |
| X | EP 1 316 588 A (TOYO INK MANUFACTURING CO., LTD) 4. Juni 2003 (2003-06-04) Seite 3, Zeile 47 – Zeile 49 Beispiele 4,6 Seite 4, Zeile 30 – Zeile 32 | 1,3,4, 7-11 |
| | | -/- |

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

Siehe Anhang Patentfamilie

^a Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"8" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

4. April 2005

15/04/2005

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Ketterer, M

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2004/013945

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
|------------|--|--------------------|
| A | WO 02/064680 A (CLARIANT GMBH; WEBER, JOACHIM; WILKER, GERHARD; BRYCHCY, KLAUS; DIETZ,) 22. August 2002 (2002-08-22) Seite 8, Zeile 16 – Seite 9, Zeile 11 Seite 15, Zeile 26 – Seite 17, Zeile 24 ----- | 1,8-11 |
| A | US 3 759 733 A (BRANDLEY G,GB ET AL) 18. September 1973 (1973-09-18) in der Anmeldung erwähnt Spalte 1, Zeile 24 Spalte 1, Zeile 55 – Zeile 68 Spalte 2, Zeile 1 – Zeile 9 Spalte 3, Zeile 10 – Zeile 30 Beispiele 20-22 ----- | 1-4,7,10 |
| A | JP 45 011026 B (TOYO INK MFG CO) 21. April 1970 (1970-04-21) in der Anmeldung erwähnt das ganze Dokument ----- | 1 |
| A | US 6 503 317 B1 (ORTALANO DARREN MARK ET AL) 7. Januar 2003 (2003-01-07) Ansprüche 8,20 Spalte 5, Zeile 42 ----- | 1 |
| A | US 5 024 698 A (SCHWARTZ ET AL) 18. Juni 1991 (1991-06-18) Zusammenfassung; Ansprüche 15,16 ----- | 1,10 |
| A | US 4 457 783 A (HAMILTON ET AL) 3. Juli 1984 (1984-07-03) Zusammenfassung Spalte 1, Zeile 8 – Zeile 12 ----- | 1,8,10 |
| A | GB 2 356 634 A (* ILFORD IMAGING UK LIMITED) 30. Mai 2001 (2001-05-30) Seite 2 – Seite 3 ----- | 1-4,8 |

INTERNATIONALES RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2004/013945

| Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument | | Datum der Veröffentlichung | | Mitglied(er) der Patentfamilie | | Datum der Veröffentlichung |
|---|----|----------------------------|-------|--------------------------------|--|----------------------------|
| JP 10158555 | A | 16-06-1998 | JP | 3055673 B2 | | 26-06-2000 |
| GB 2364322 | A | 23-01-2002 | KEINE | | | |
| EP 1316588 | A | 04-06-2003 | JP | 2003165920 A | | 10-06-2003 |
| | | | JP | 2003165919 A | | 10-06-2003 |
| | | | CA | 2413341 A1 | | 03-06-2003 |
| | | | CN | 1429864 A | | 16-07-2003 |
| | | | EP | 1316588 A2 | | 04-06-2003 |
| | | | US | 2003140819 A1 | | 31-07-2003 |
| WO 02064680 | A | 22-08-2002 | DE | 10106147 A1 | | 14-08-2002 |
| | | | CN | 1484679 A | | 24-03-2004 |
| | | | WO | 02064680 A1 | | 22-08-2002 |
| | | | EP | 1362081 A1 | | 19-11-2003 |
| | | | JP | 2004531593 T | | 14-10-2004 |
| | | | US | 2004060478 A1 | | 01-04-2004 |
| US 3759733 | A | 18-09-1973 | GB | 1356254 A | | 12-06-1974 |
| | | | BE | 770037 A1 | | 17-01-1972 |
| | | | CA | 962006 A1 | | 04-02-1975 |
| | | | CH | 564067 A5 | | 15-07-1975 |
| | | | DE | 2135468 A1 | | 24-02-1972 |
| | | | FR | 2101733 A5 | | 31-03-1972 |
| | | | NL | 7109790 A | | 18-01-1972 |
| JP 45011026 | B | | KEINE | | | |
| US 6503317 | B1 | 07-01-2003 | CA | 2320061 A1 | | 02-12-1999 |
| | | | EP | 1047739 A1 | | 02-11-2000 |
| US 5024698 | A | 18-06-1991 | AT | 157690 T | | 15-09-1997 |
| | | | CA | 2078862 A1 | | 23-09-1991 |
| | | | DE | 69127540 D1 | | 09-10-1997 |
| | | | DE | 69127540 T2 | | 22-01-1998 |
| | | | DK | 524941 T3 | | 14-04-1998 |
| | | | EP | 0524941 A1 | | 03-02-1993 |
| | | | ES | 2107455 T3 | | 01-12-1997 |
| | | | FI | 923865 A | | 28-08-1992 |
| | | | JP | 5505412 T | | 12-08-1993 |
| | | | WO | 9114744 A1 | | 03-10-1991 |
| US 4457783 | A | 03-07-1984 | CA | 1184704 A1 | | 02-04-1985 |
| | | | DE | 3269679 D1 | | 10-04-1986 |
| | | | DK | 481382 A ,B, | | 01-05-1983 |
| | | | EP | 0079303 A2 | | 18-05-1983 |
| | | | JP | 1728500 C | | 19-01-1993 |
| | | | JP | 4012306 B | | 04-03-1992 |
| | | | JP | 58084873 A | | 21-05-1983 |
| GB 2356634 | A | 30-05-2001 | KEINE | | | |